

21384C/12	101 R21	FUIT 31.07.78	L(1-A3C, 1-A4, 1-A5, 1-A7A, 1-L5).
FUJITSU LTD	31.07.78-JA-093818 (13.02.80) C03b-37 G02b-05/17	*J5 5020-277	
Light transmission glass prodn. by vitrification of oxide powder formed by hydrolysis of atomised halogen cpds. with water vapour			193
<p>In the mfr. of a light transmitting glass, e.g. a phosphoric acid series glass from <math>P_2O_5</math>, <math>Ga_2O_3</math>, <math>GeO_2</math> and <math>SiO_2</math> as main components, a halogenated cpd, e.g. <math>POCl_3</math>, etc. in the atomised state is added to a carrier gas, e.g. <math>O_2</math> gas, etc. then the carrier gas is fed to a reactor with water vapour and heated to cause a hydrolysis reaction and formation of oxide powder. The oxide powder thus obtd. is collected on a support and heated to vitrify the powder.</p> <p>The oxide powder has a larger grain size than that obtd. in a flame hydrolysis process where raw materials in gaseous state are carried along for reaction, because halogenated cpd. is carried along in liquid droplet form to the reactor for hydrolysis. Thus the oxides powder is less scattered during the collecting operation, raising the efficiency of collection for the oxides powder. The method is applicable not only to the phosphoric acid series glass but also to the quartz series glass and gives oxide powder of stable compos. (Hpol17).</p>			J55020277

65/17.4  
65/413

KL

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑮ 公開特許公報 (A)

昭55-20277

① Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
G 02 B 5/172

識別記号

庁内整理番号  
7730-4G  
7529-2H

② 公開 昭和55年(1980)2月13日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

③ 光伝送体用ガラスの製造法

川崎市中原区上小田中1015番地

④ 特 願 昭53-93818

⑤ 出 願 人 富士通株式会社

⑥ 出 願 昭53(1978)7月31日

川崎市中原区上小田中1015番地

⑦ 発 明 者 赤松武志

⑧ 代 理 人 弁理士 井桁貞一

# 明 細 書

## 1. 発明の名称

光伝送体用ガラスの製造法

## 2. 特許請求の範囲

光伝送体用ガラスを製造する工程において、シリカガラスに原料であるハロゲン化合物を溶状の状態で添加せし、該ハロゲン化合物を溶状のシリカガラスを水蒸気と共に反応腔に導入して加熱することにより該反応腔内で加水分解反応を起し、溶体を生成させ、該溶体を加熱してガラス化することを特徴とする光伝送体用ガラスの製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は光伝送体用ガラスの材料である溶体の組成を安定にした状態で収率よく製造し、該溶体をガラス化する方法に関するものである。一般に五酸化りん (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)、酸化ガリウム (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、酸化ゲルマニウム (GeO<sub>2</sub>) または酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>) を主成分とするりん酸系ガラス

は、原料となる上記の溶体を、それぞれ、りん、ガリウム、ゲルマニウムまたはシリコンの溶体の形から炭化水素化合物によって生成せしめると高純度のものが得られるので、光学ガラスとして適している。また上記のりん酸系ガラスは、約1400℃の温度でガラス化し、石英を侵蝕するアルカリ金属化合物を含有しないので、ガラス化のための溶融を石英のつぼを用いて行なつてもその溶体の溶体の恐れがない等の利点を有し、光伝送体用ファイバの原料として優れた溶体を有している。

このような溶体製造を容易な方法として従来から第1図に示すような大気加水分解法が用いられている。これは上記した溶体製造を生成するための配管系統の簡略図及び大気加水分解用の三蒸水の供給源を示している。図において、ガラス化りん (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) が収容されている蒸発器1にアルゴンガス供給管2の供給バルブ3を開いて、アルゴンガスを所定量供給して該アルゴンガスにP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を溶解させる。また三酸化ガリウム (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) が収容されている蒸発器4にア

アルゴンガス供給管8の供給バルブ8を開いてアルゴンガスを所定量供給して該アルゴンガスPC018を維持させる。このとき高純化グルマニウム(00C04)または四酸化シリコン(S1C04)が収容されている高純化7に流すアルゴンガス供給管8の供給バルブ9は閉じておく。このようにしてF0C018および05C018のようなハロゲン化合物を供給させたアルゴンガスを三重石英バーナ10の導入口11に導き、酸素ガス供給管12より三重石英バーナの導入口13に導かれた酸素ガスと大気加水分解反応を効率よく行わせるために混合させて三重石英バーナ10の下部Aに導くとともに、酸素ガス供給管12より三重石英バーナ10の導入口14に酸素ガスを導く。また水素ガス供給管15より三重石英バーナ10の導入口16に水素ガスを供給し、酸素ガス及び酸素ガスを三重石英バーナの下部Bに導いて、上記した05C018、F0C018を供給したアルゴンガス及び酸素ガスと共に大気加水分解反応を起こさせて、りんとシリウムの複合化合物である05

特開昭55-202770  
P04を導いて酸素管17に収容していた。次に酸素管17を他の酸素管8に交換して、アルゴンガス供給管8の供給バルブ8を開いてP0C018が収容されている高純化1にアルゴンガスを導き、アルゴンガスPC018を維持させる。同時にアルゴンガス供給管8の供給バルブ9を開き、00C04またはS1C04が収容されている高純化7にアルゴンガスを導き、アルゴンガスPC018またはS1C04を維持させる。この時05C018の高純化4に流すアルゴンガスの供給管8の供給バルブ9は閉じておく。このようにP0C018を供給したアルゴンガスを三重石英バーナ10の導入口11に導き、前述と同様にバーナの先端部で大気加水分解反応を起こさせ、りんとグルマニウムの複合化合物メート(00P00T)またはりんとシリコンの複合化合物メート(S1P01T)を収容部8に収容する。

このようにして得られたりんとシリウムの複合化合物メート00P04及びりんとグルマニウムの複合化合物メート00P0Tまたはりんと

シリコンの複合化合物メートS1P0Tをガラスファイバのコア部及びクラッド部として、それぞれ必要箇所導引が得られるように採取して二重石英管7の中に混合した後、加熱してガラス化してからガラスファイバを得ていた。

しかしこのような大気加水分解法で上記の複合化合物を収容よくかつ複合化合物の組成が一定になるように製造するためには、大気の水蒸気及び原料ガスの流量を一定の値に制御する必要がある。しかし石英バーナの先端が上記の化合物で05P04によつて日々汚すを避けるため、原料ガスの流量の制御が困難であり、また大気の大気汚染の回避も困難である等の欠点があった。また生成された化合物メートは塵埃状状態で塵埃状に回収が困難で回収効率が低い等の問題点もあった。

本発明は上述した欠点を解決するもので、  
酸素光伝送体用ガラスの原料である酸化シリコンを含有する場合には、原料とするハロゲン化合物が収容されている容器内の上記ハロゲン化合物を固状の形で保持させたキャリアガスと水素気

とを共に加熱した反応室内に導入し、該反応室内で大気加水分解反応を起こさせて化合物メートを生成する。このようにして生成した化合物メートを加熱してガラス化する新規な光伝送体用ガラスの製造法を提供せんとするものである。

以下図面を用いて本発明の一実施例につき詳細に説明する。

第2図は本発明に係る製造法の一実施例に用いる装置の説明図で、図においてP0C018を収容した高純化2のP0C018中に両端開口の石英細管22を挿入する。該石英細管22が挿入された上部開口Aに、先端が絞られた酸素ガス供給用細管28から酸素ガスを導通を導いて供給する。このようにすると前記した石英細管の上部開口の近傍が減圧状態となり、容器内の原料化合物が石英細管の上部開口端に運ばれる。この運ばれた原料化合物が前記した高純化のキャリアガスである酸素ガスによつて原料となつて反応管24内に導入される。反応の割合が調整されたP0C018を収容した容器及び容器内に挿入した石英細管と同様に

0A048, 00044, S1C44を収容する容器及び石英粉管が同じ様に設置され、やはり石英粉管の上部開口端に高温のキャリアガスである酸素ガスを吹きつけ、0A048と00044とS1C44とが膨張状となつてP0C48と共に反応管24中へ送入される。

また同時に酸素ガス等のキャリアガスを酸素ガス供給管25から高角部26中に供給する。高角部26中には熱水が収容されヒート27によつて加熱されるので上記酸素等のキャリアガスは水蒸気を含持する。このように水蒸気を含持せる酸素ガスを水蒸気導入管28より反応管24内へ導入する。このように導入した水蒸気は反応管24内において水蒸気導入管28に附けられたノズル29によつて膨張状になつて噴出する。この反応管は加熱炉30によつて約1200℃位の温度に加熱される。このようにして反応管内に膨張状になつて送入された原料酸化物、水蒸気が加熱されて加水分解反応によつて、りん、ゲリウム、ゲルマニウム、シリコンの酸化物粉体が混合された状態にて生成

される。このようにして生成された酸化物粉体は反応管の先端3を設け、かつキャリアガスである酸素ガスの流道を迂回することによって回転上昇機構を有する石英芯線31の先端部に収集される。石英芯線31の周囲にはヒート32が設置されている。このヒートによつて芯線31の先端に増強した酸化物粉体は回転上昇することによつて上記ヒートで加熱昇熱されてガラス化する。因此において34は芯線31の先端に増強した酸化物粉体を示し、33はヒート32によつて酸化物粉体が加熱されてガラス状となつた状態を示す。

このようにして形成される酸化物粉体は、原料であるハロゲン化合物が液滴の形で運ばれて加水分解するので、火炎加水分解反応のように原料がガス状の形で運ばれて反応するよりも粒子径の大きい酸化物粉体が得られるので、収束時に飛散することが少なくなり、そのための酸化物の収束効率が高くなる。

本発明内ではりん酸系ガラスに例をとつて説明したが、石英系のガラスにも適用できるのはもち

ろんである。

また火炎加水分解反応のように生成される酸化物ノズルによるバーナの目づまりによつて原料酸化物の流送が中断して、生成された酸化物の組成が変動する恐れもなくなるので、組成の安定した酸化物が得られる。

また加熱炉の温度制御が簡便よく行われるので反応時の温度が安定し反応が安定して進むので、生成された酸化物の組成も安定したものが得られるという利便を生じる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の火炎加水分解反応による酸化物の製造装置の概略図で、第2図は本発明に係る酸化物の製造装置ならびに酸化物をガラス化する製造装置の概略図である。

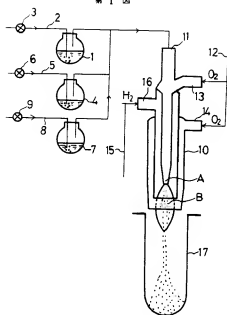
1: P0C48 高角部、2: アルゴンガス供給管、3: 供給バルブ、4: 0A048 高角部、5: アルゴンガス供給管、6: 供給バルブ、7: 00044またはS1C44 高角部、8: アルゴンガス供給管、9: 供給バルブ、10: 三重石英バ

ーナ、11: 導入口、12: 酸素ガス供給管、13: 導入口、14: 導入口、15: 水蒸気供給管、16: 導入口、17: 収集部、21: P0C48 高角部、22: 石英粉管、23: 酸素ガス供給管、24: 反応管、25: 酸素ガス供給管、26: 高角部、27: 加熱ヒート、28: 水蒸気導入管、29: ノズル、30: 加熱炉、31: 石英芯線、32: ヒート、33: ガラス化した酸化物、34: 増強した酸化物ノズル。

代 理 人 特 許 士 井 前 廣 一

図 面

第 1 図



第 2 図

